PÉDOLOGIE. — *Essai de séparation des principales fractions organiques des sols : bilan et caractérisation analytique.* Note (*) de **Sylvain Bruckert** et **Michèle Gaiffe,** présentée par Jean Lavollay.

En éliminant le fer et les cations de liaison, on a obtenu une forte extraction des composés humiques et une dispersion totale des particules du sol. Par tamisage et sédimentation, on a alors séparé les sables, limons et argiles : la matière organique associée aux fractions grossières comprend les débris végétaux et mycéliens; celle de la fraction argileuse se compose de complexes organo-argiliques, mais aussi de fragments cellulaires très fins.

PEDOLOGY. — Fractionation and Analysis of Organic Soil Matter.

Total dispersion of the organic and mineral particles was obtained by removal of the iron, the polyvalent cations and the humic cementing agents. Then, sand-silt-clay size fractions were separated by sifting and sedimentation techniques: organic matter associated with coarser fractions was made up of a mixture of plant residues and fungi; that of clay fraction was of organo-clay complexes, but also of very fine fragments of plant cells.

La complexation organo-minérale qui influence fortement les propriétés des sols, constitue aussi le plus sérieux obstacle à l'analyse des fractions organiques. En effet, à l'exception des podzols et des andosols dans lesquels prédominent des complexes organo-métalliques, la plupart des sols renferment des argiles qui adsorbent très solidement les composés humiques selon plusieurs modes de liaison [1]. En analysant la fraction argileuse des sols ([2], [3]) ou des complexes argilo-humiques fabriqués *in vitro* ([4], [5]), on constate effectivement qu'une partie des composés humiques *s'adsorbe irréversiblement sur les argiles.* Il semblerait que cette fraction représente une part importante de la matière organique des sols [3] et probablement aussi, une fraction fortement humifiée ([2], [4]). Or actuellement, on n'est pas parvenu à l'isoler. C'est dans ce but et dans celui de parvenir à un bilan plus rigoureux des formes organiques majeures, que nous avons mis au point le protocole analytique présenté dans cette Note.

1. Matériel et méthodes. — Les échantillons de sols, choisis par le Groupe Matière Organique ([1]) pour servir de standard dans l'analyse des matières organiques, proviennent de diverses régions de France : rendzine brune (Chalons-sur-Marne, I.N.R.A.), sol brun (Boigneville, I.T.C.F.), sol fersiallitique (Montpellier, C.E.P.E.), sol humo-calcique et sol alluvial à gley (Besançon, Université). L'environnement des sols et les caractères des horizons A_1 secs à l'air, tamisés à 2 mm sont résumés dans le tableau I.

Élimination des cations de liaison et extraction à pH 5. — Peser 2,5 g de sol ([2]) contenant au moins 150 mg de C; ajouter 2,5 g de $Na_2S_2O_4$, 1 g de NaCl et 40 ml d'eau bouillante; maintenir à 70°C 1 h en agitant par moments; centrifuger à 32 000 × g; recueillir l'extrait dans un bécher en filtrant sur tamis de 100 µm en nylon; répéter l'attaque $Na_2S_2O_4$ 30 mn deux fois; rincer deux fois par NaCl 0,2 N; doser le C de l'extrait (CH_5); rincer par HCl 0,01 N.

Extraction à pH 10. — Ajouter au résidu 200 ml de $Na_4P_2O_7$ 0,1 N; agiter 2 h; ajouter 10 ml de KCl à 20 % et centrifuger à 9 000 × g; répéter l'extraction une fois 2 h, une fois 1 h; doser le C de l'extrait (CH_{10}).

Tamisage à 50 µm. — Disperser aux ultrasons (80 W-80KHz) le résidu dans un peu d'eau et agiter vigoureusement; le tamiser à 50 µm en entraînant à l'eau les fines dans une cuvette; récupérer les débris végétaux et les sables; y joindre les particules recueillies sur le tamis en nylon; doser le C(DVG).

TABLEAU I

Sol	Altitude (m)	P (mm)	T(°C) moy.	Roche-mère	Végétation	C (%)	A ([b]) (%)	pH eau	$CaCO_3$ (%)
Rendzine	150	630	10,5	Craie	Culture	2,0	28,2	7,9	66,2
Humocalcique	880	1 500	7,4	Moraine	Culture	5,9	52,9	7,5	0
Fersiallitique	100	900	10,0	T.rossa	Forêt ([a])	5,8	48,6	7,2	0
Brun	115	600	10,8	Limons	Culture	1,44	25,0	7,0	0
Alluvial	835	1 500	7,4	Moraine	Prairie	9,6	35,5	6,3	0

([a]) Forêt de chênes verts.
Green oak forest.
([b]) Argile (%) de la matière minérale.
Clay (%) of inorganic matter.

Extraction à pH 12. — Verser la suspension argilo-limoneuse dans un pot de centrifugeuse; y ajouter 1 g de KCl/100 ml; dissoudre et centrifuger; éliminer le surnageant; extraire le culot par 100 ml de $Na_4P_2O_7$ 0,1 N + NaOH 0,1 N (v/v) en agitant 2 h; ajouter 5 ml de KCl à 20 % et centrifuger à 9 000 × g; répéter l'extraction deux fois 1 h; doser le C de l'extrait (CH_{12}).

Siphonage des argiles. — Disperser aux ultrasons le résidu dans un peu d'eau et agiter vigoureusement; ajouter 600 ml d'eau; disperser; centrifuger exactement 5 mn à 1 000 × g; siphoner sur 10 cm; répéter quatre ou cinq fois; floculer les argiles par HCl dilué; centrifuger; doser le C des fractions argiles (COA) et limons (DVF).

II. RÉSULTATS ET DISCUSSION. — Le tableau II rassemble les diverses fractions analysées, exprimées en pourcent du carbone organique du sol. L'élimination des cations de liaison et du fer a permis d'obtenir une forte extraction des composés humiques en trois étapes (41 à 67 %). Par le dithionite, réactif réducteur légèrement acide (pH 5,0), on extrait 5 à 26 % du carbone sous forme d'acides fulviques, en même temps que 45 à 75 % du fer libre ([3]). Par le pyrophosphate à pH 10 d'abord, puis à pH 12, on solubilise successivement 15 à 29 % et 8 à 29 % du carbone sous forme d'acides fulviques et humiques.

Entre les deuxième et troisième extractions, on sépare par tamisage à 50 µm, une fraction sableuse renfermant des débris végétaux grossiers facilement identifiables et une fraction limono-argileuse de composition hétérogène. L'opération est réalisée sans difficulté, les deux premières extractions dissolvant suffisamment de ciments humiques pour entraîner une forte dissociation des agrégats. En soustrayant une grande partie des débris végétaux à l'extraction la plus alcaline, on diminue en outre les risques de néoformation de composés humiques.

Après avoir appliqué le troisième réactif à la fraction limono-argileuse, on parvient à séparer efficacement par sédimentation, une fraction limoneuse et une fraction argileuse. La matière organique contenue dans la première se compose en majeure partie de débris fins végétaux et mycéliens identifiés au microscope par autofluorescence [6]. Par densimétrie [7] on constate que sa densité dépasse 2. Ceci confirme d'autres observations [1] : les débris en cours de décomposition, augmenteraient de densité par enrichissement relatif en matière minérale, notamment en silice [8], ce qui enlève toute signification aux fractionnements densimétriques effectués sans contrôle optique.

L'étude de la fraction argileuse, de composition hétérogène, mérite une attention particulière; elle renferme en effet des *complexes organo-argiliques indissociables*, mais aussi des débris cellulaires végétaux et mycéliens extrêmement fins identifiés par autofluorescence. Il n'a pas été possible pour l'instant de les quantifier séparément. Dans une expérience

TABLEAU II

Fraction (C % du C du sol)	Rendzine	Humo-calcique	Fersial-litique	Brun	Alluvial
Composés humiques extraits à :					
pH 5 (CH_5)	5,5 ([a])	21,6	16,0	26,4	17,0
pH 10 (CH_{10})	22,8	29,2	26,8	15,3	18,1
pH 12 (CH_{12})	12,7	16,0	7,9	13,3	29,4
TOTAL composés extractibles	(41,0)	(66,8)	(50,7)	(55,0)	(64,5)
Sables + débris végétaux grossiers (DVG)	12,6	2,9	24,6	7,7	7,1
Limons + débris végétaux fins (DVF)	8,2	3,5	3,9	6,5	11,0
TOTAL débris végétaux et mycéliens	(20,8)	(6,4)	(28,5)	(14,2)	(18,1)
Complexes organo-argiliques (COA) + débris végétaux très fins	38,2	26,8	20,8	30,8	17,4

([a]) Les composés extraits pendant la décarbonatation sont comptabilisés dans cette fraction.

complémentaire, on est parvenu néanmoins à analyser qualitativement des complexes organo-argiliques isolés à l'état pur à partir des argiles dispersées dans les extraits alcalins. On se rend compte qu'ils se composent eux-mêmes de deux phases, l'une d'argiles noires renfermant 1 à 1,5 % de carbone, l'autre d'argiles rougeâtres contenant 0,3 à 1 % de carbone. Elles occuperaient *in situ* respectivement la périphérie et le cœur des agrégats du sol, comme le laissent penser plusieurs observations : l'extérieur des agrégats est plus riche en matière organique que l'intérieur; la composition et l'âge des produits arrachés successivement de la périphérie et du centre des agrégats diffèrent significativement ([3], [9]).

La phase organique indissociable des argiles serait essentiellement constituée de composés humiques ([2], [3], [4], [10]) qui auraient perdu leur solubilité dans les réactifs alcalins, en raison de liaisons très solides contractées avec les argiles [11]. Elle correspondrait à l'humine d'insolubilisation définie par Duchaufour [12]. Les réactifs d'extraction employés étant capables de rompre la plupart des liaisons chimiques, on peut supposer que les liaisons restantes non rompues seraient de nature physique.

En conclusion, la méthode nouvelle, proposée pour le fractionnement de la matière organique des sols, est fondée sur la constatation que seule la destruction des agrégats, par dissolution préalable des ciments organo-minéraux permet de séparer les trois fractions organiques caractéristiques :

(1) les composés humiques dits « extractibles », alcalinosolubles et ciments de l'agrégation;

(2) les débris hérités directement de la fragmentation des parois végétales et microbiennes;

(3) les composés organo-argiliques : cette fraction essentielle, la plus élaborée, par néoformation de composés humiques polycondensés, insolubles, est liée préférentiellement aux particules minérales inférieures à 2 μm (colloïdes argileux), mais présente une contamination résiduelle par des débris hérités très fins, détectés par différents tests optiques, en l'occurence indispensables pour contrôler l'efficacité de la méthode.

Cette méthode constitue une progrès indéniable par rapport aux méthodes classiques, utilisant, *en premier lieu*, densimétrie, granulométrie et/ou ultrasonication, et d'efficacité

limitée par le fait même de la stabilité et de la cohésion des agrégats. De plus, les conditions de pH inférieur ou égal à 10 adoptées ici pour la dissolution réductrice puis alcaline des ciments, limitent les risques de dénaturation, ou de néoformation humique.

Un tel protocole analytique est alors susceptible de s'appliquer à la plupart des sols, depuis les milieux à complexe argilo-humique en agrégats stables, jusqu'aux humus peu évolués, à matière organique fraîche dominante. Les quelques exemples présentés montrent que les sols diffèrent très sensiblement par les proportions relatives des trois fractions caractéristiques. Le cas des sols humo-calciques, fondé sur l'analyse convergente de plusieurs échantillons typiques mérite d'être souligné :

Dans ce mode d'humification encore mal connu, une structure poreuse bien développée s'élabore à base d'agrégats humiques très stables, tandis que la fraction héritée des débris végétaux est réduite au minimum, notamment dans les sols calciques sous pelouses ou sous culture comme c'est le cas pour l'exemple choisi ici.

([1]) Réunion du 29/30 avril 1982, Bonnevaux, Doubs.

([2]) Décarbonaté dans le cas de la rendzine.

([3]) Fer libre extrait au citrate-dithionite.

(*) Remise le 20 juin 1983, acceptée après révision le 3 octobre 1983.

[1] S. Bruckert, *Analyse des complexes organo-minéraux des sols*, in *Pédologie II*, Masson, Paris, 1979, p. 181-208.

[2] M. A. Arshad et L. E. Lowe, *Soil. Sc. Amer. Proc.*, 30, (6), 1966, p. 731-735.

[3] S. Bruckert et G. Kilbertus, *Plant and Soil*, 57, 1980, p. 271-295.

[4] T. Eschena, *Agrochimica*, 8, (2), 1964, p. 116-128.

[5] F. Andreux, *Thèse*, Nancy, 1978, 174 p.

[6] B. Van Vliet-Lanœ, *Note technique*, C.P.B. Nancy, 23, 1979, 5 p.

[7] G. Monnier, L. Turc et C. Jeanson-Ludsinanc, *Ann. Agron.*, 13, (1), 1962, p. 55-63.

[8] E. A. Iarilova et E. I. Parfenova, *C.R. VIe Congr. Sc. du Sol*, Paris, B, II, 23, 1956, p. 567-578.

[9] J. Balesdent, *Thèse*, Nancy, 1982, 92 p.

[10] S. U. Khan, *Soil Sc.*, 112, (6), 1971, p. 401-409.

[11] I. V. Tyurin et E. L. Gutkina, *Trudy pochv. Inst. Dokuchaeva*, 23, 1940. In : *Soil Organic Matter*, M. M. Kononova, Pergamon Press, 1961, 450 p.

[12] Ph. Duchaufour, *Pédologie I. Pédogenèse et classification*, Masson, Paris, 1977, 496 p.

Université de Franche-Comté, Laboratoire de Pédologie, place Leclerc, 25030 *Besançon Cedex*.